

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problems Mailbox.**

**This Page Blank (uspto)**

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

# PATENTSCHRIFT

(19) DD (11) 270 770 A1

4(51) G 01 N 23/20

G 01 N 23/223

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

---

(21) WP G 01 N / 314 834 1 (22) 18.04.88 (44) 09.08.89

---

(71) Bergakademie Freiberg, Direktorat für Forschung, Akademiestraße 6, Freiberg, 9200, DD  
(72) Mücklich, Frank, Dipl.-Ing.; Oettel, Heinrich, Doz. Dr. sc. techn.; Flade, Tilo, Dr.-Ing., DD

---

(54) Röntgendiffraktometrisches Untersuchungsverfahren zur ortsabhängigen, simultanen Detektion von Variationen des Stöchiometriezustandes und Mikrodefekthaushaltes in einkristallinen Verbindungsstrukturen

---

(55) Untersuchungsverfahren, Detektion, Stöchiometriezustand, Mikrodefekthaushalt, Verbindungsstrukturen, Analyse, Probe, Oberfläche, Spektrum, Reflexe, Meßkanal, Primärstrahlintensität  
(57) Die Erfindung ist auf dem Gebiet der zerstörungsfreien Analyse in einkristallinen Verbindungsstrukturen anwendbar. Erfindungsgemäß wird die auf ein Röntgendiffraktometer justierte Probe an ihrer polierten Oberfläche mit dem gesamten Spektrum einer Feinstrukturröhre bestrahlt. Die Impulse vom gebeugten Strahl des quasiverbotenen Reflexes werden im ersten Meßkanal mit dem Energiebereich der charakteristischen Linie des Ar оден элементов und die Impulse der Harmonischen dieses Reflexes im zweiten Meßkanal registriert. Die Nulltönierung der Primärstrahlintensität wird durch Registrierung der Probenfluoreszenzstrahlung in einem dritten Meßkanal vorgenommen. Die Translationsscanbewegung der Probe erfolgt mit einer realstrukturrelevanten Schrittweite. Dieses Verfahren sichert die volle Intensität der charakteristischen Strahlung des Anodenmaterials zur Erzeugung des geringen quasiverbotenen Reflexes und die geringe Intensität des Bremspektrums.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

### Patentanspruch:

Röntgendiffraktometrisches Untersuchungsverfahren zur ortsabhängigen simultanen Detektion von Variationen des Stöchiometriezustandes und Mikrodefekthaushaltes in Verbindungsstrukturen an einkristallinen Proben, gekennzeichnet dadurch, daß die auf ein Röntgendiffraktometer justierte Probe an ihrer polierten Oberfläche mit dem gesamten Spektrum einer Feinstrukturöhre bestrahlt wird, die Impulse vom gebeugten Strahl des quasiverbotenen Reflexes im ersten Meßkanal mit dem Energiebereich der charakteristischen Linie des Anodenelementes und die Impulse der Harmonischen dieses Reflexes im zweiten Meßkanal, dessen Energiefenster auf dem Doppelten dieser Energie feststeht, registriert werden, die Monitorisierung der Primärstrahlintensität durch Registrierung der Probenfluoreszenzstrahlung in einem dritten Meßkanal vorgenommen wird und eine Translationsscanbewegung der Probe mit einer realstrukturrelevanten Schrittweite im Zusammenhang mit einem Strahldurchmesser von maximal dem Doppelten dieser Schrittweite erfolgt.

### Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein zerstörungsfreies Verfahren zur ortsabhängigen, simultanen Analyse von Variationen des Stöchiometriezustandes und Mikrodefekthaushaltes in einkristallinen Verbindungsstrukturen.

### Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bisher ist nach einer Veröffentlichung von FUJIMOTO (Jap. J. Appl. Phys. 23 (1984) 5, 1287-1289) bzw. dem Bericht über eine entsprechende Meßanlage (JET 2942: Japan Electronics Today News 3 (1984) 11, 14) ein Verfahren bekannt, bei dem man unter Einsatz einer Hochleistungsdrehanodenröhre (Leistung 30kW) deren polychromatisches Primärstrahlspektrum (Mo oder Cu) zur Reflexion auf einen Monochromatorkristall einfallen läßt. Der reflektierte monochromatische Strahl trifft auf die einkristalline Oberfläche einer GaAs-Scheibe unter dem Glanzwinkel des quasiverbotenen (200)- oder (222)-Reflexes. In einem Quantendetektor wird die Intensität dieses Reflexes durch eine Rockingkurvenmessung registriert. Die Schwankung der genannten Intergalintensitäten entspricht dabei direkt den Stöchiometrieschwankungen der Bindungspartner in den untersuchten Kristallen. Die räumliche Auflösung liegt bei  $1 \times 1 \text{ mm}^2$  und damit außerhalb der Größenordnung, in der Züchtungs- und damit Kristallparameter variieren.

Da der eigentliche Meßeffekt dieses Verfahrens bei lediglich 0,1% liegt und zwar von einer quasiverbotenen Reflexintensität, die absolut zwei Größenordnungen kleiner als übliche (fundamentale) Reflexintensitäten ist, ergeben sich Monitorisierungsprobleme der Primärstrahlintensität, die durch den Einsatz einer Mylarfolie im Primärstrahlengang nur ungenügend bewältigt wurden, da zusätzlich zu Primärstrahlschwankungen auch thermische Effekte am Monochromatorkristall und dessen Halterungen und Oberflächenstörungen der Probe auftreten. Informationen über Mikrodefekte bzw. deren elastische Verzerrungsfelder wurden bisher separat und vornehmlich über (zerstörende) Ätzvorgänge der Probenoberflächen und dabei entstehende Ätzgruben bzw. Ätzaufruungen sowie elektronenmikroskopische Verfahren gewonnen.

Zusammenfassend weisen die bekannten technischen Lösungen folgende Hauptnachteile auf:

- unzureichende Monitorisierung der Primärstrahlung,
- keine simultane Erfassung anderer Störeinflüsse (z.B. der Probe),
- geringes räumliches Auflösungsvermögen,
- relativ hoher technischer Aufwand.

### Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Bereitstellung eines vielseitig aussagefähigen Untersuchungsverfahrens zur simultanen, ortsabhängigen Messung von Variationen des Stöchiometriezustandes und Mikrodefekthaushalts in einkristallinen Verbindungsstrukturen, das mit vertretbarem technischem Aufwand auch für die Anwendung in der zerstörungsfreien Produktionskontrolle geeignet ist und Aussagen zu den Zusammenhängen zwischen Züchtungstechnologie und Realstruktur liefert.

### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die technische Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur röntgendiffraktometrischen Untersuchung bereitzustellen, das es erlaubt, die lokalen Wechselbeziehungen zwischen Strukturinformationen simultan und ortsabhängig zu erfassen. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Probe in die Diffraktometerachse eines Einkristall- oder exakt ansteuerbaren Texturdiffraktometers justiert wird. Als Primärstrahlquelle genügt eine konventionelle Feinstrukturöhre. Deren polychromatisches Spektrum fällt unmonochromatisiert unter dem Glanzwinkel eines quasiverbotenen Reflexes auf die Probe ein. Unter dem Streuwinkel dieses Reflexes wird ein Halbleiterdetektor vom gebeugten Strahl dieses quasiverbotenen Reflexes getroffen, und dessen Impulse werden in dem ersten Meßkanal mit dem Energiebereich der charakteristischen Linie registriert. Der zweite Meßkanal, dessen „Energiefenster“ auf dem Doppelten dieser Energie feststeht, registriert dadurch

automatisch die Impulse einer Harmonischen dieses o. g. Reflexes, also eines Fundamentalreflexes. Die Monitorisierung der Primärstrahlintensität sowie von Streureinflüssen durch Temperaturschwankungen, Driftermessungen und Oberflächenstörungen der polierten Probe geschieht ohne jeden zusätzlichen apparativen Aufwand im dritten Meßkanal des Halbleiterdetektors, dessen „Energiefenster“ auf der in der Probe angeregten Eigenstrahlung (Fluoreszenzstrahlung) steht. Eine Konvergenzblende vor der Probe sichert eine Ortsauflösung von besser als 100 µm. Der Konvergenzwinkel realisiert die gesamte Rockingkurve ohne Probendrehung. Dieses Verfahren sichert die volle Intensität der charakteristischen Strahlung des Anodenmaterials zur Erzeugung des geringen quasiverbotenen Reflexes und die geringe Intensität des Bremspektrums zur Erzeugung des ohnehin starken Fundamentalreflexes sowie der Fluoreszenzstrahlung. Entscheidende Vorteile des Verfahrens sind:

- Die direkte Ausgabe aller drei Impulsdichten als integralintensitätsproportionale Größen und Maß für Stöchiometrieabweichung, Mikrodefektdichte und als Monitorisierungssignal,
- Wegfall jeglicher Probendrehungen während der Messung und damit Ausschaltung mechanischer Fehlereinflüsse,
- jeweils ausreichend hohe Impulsdichten zur zählstatistischen Absicherung des Meßeffektes,
- durch einfache translatorische scan-Bewegung der Probenoberfläche in deren Ebene mit einer Schrittweite von (30...100) µm erfolgt die ggf. vollautomatische Untersuchung einer gesamten Kristallscheibe mit hoher Intensitäts- und Ortsauflösung als exakt simultanes Verfahren und ermöglicht Rückschlüsse auf Wechselwirkungen zwischen den verschiedenen Meßparametern.

#### Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll an nachfolgendem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

Bei der Untersuchung von verzerrungsfreien GaAs-Einkristallen wurden aus wachstumsbedingten Oszillationen der Ätzaufrauhung und Band-Band-Lumineszenz sowie aus der TEM periodische Schwankungen der Dichte verzerrungswirksamer Mikrodefekte in Korrelation zu Stöchiometrieschwankungen vermutet.

Die GaAs-Einkristallscheibe wird in die Diffraktometerachse eines ansteuerbaren Texturdiffraktometers justiert. Das polychromatische Spektrum einer konventionellen Co-K<sub>α</sub>-Feinstrukturöhre lässt man unter dem Glanzwinkel des (200)-Reflexes auf die (100)-orientierte Probenoberfläche einstrahlen. Der Si(Li)-Halbleiterdetektor, positioniert unter dem Streuwinkel dieses Reflexes, registriert im ersten Meßkanal mit dem Energiefenster bei 6.93 keV (charakteristische Energie der Co-K<sub>α</sub>-Strahlung) die Intensität des quasiverbotenen (200)-Reflexes, im zweiten Meßkanal mit dem Energiefenster bei 13.88 keV die Intensität des fundamentalen (400)-Reflexes und im dritten Meßkanal (9.24–11.72 keV) die GaAs-Fluoreszenzstrahlung als Monitorisierungssignal. An den Variationen der ersten beiden Intensitäten lassen sich nach Korrektur durch das Monitorisierungssignal unmittelbar Stöchiometrie- und Mikrodefektdichteschwankungen halbquantitativ ablesen. Die Konvergenzblende, positioniert im Abstand vor 10 mm von der reflektierenden Probenoberfläche, sichert eine Ortsauflösung unterhalb 100 µm. Eine Translations-scan-Bewegung quer zur Streifenrichtung der untersuchten Kristalloberfläche mit Schrittweiten von 30 µm erlaubt die Linearanalyse dieser Realstrukturerscheinungen.

This Page Blank (uspto)